



PCT/FR 2004 / 002 4 6 7

REC'D. 10 DEC 2004

WIPO

PCT

# BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

## COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 18 AOUT 2004

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

DOCUMENT DE PRIORITÉ

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS  
CONFORMÉMENT À LA  
RÈGLE 17.1.a) OU b)

Martine PLANCHE

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint Petersburg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23  
www.inpi.fr

REMARQUE





26 bis, rue de Saint Pétersbourg - 75800 Paris Cedex 08

Pour vous informer : INPI DIRECT

0 825 83 85 87

0,15 € TTC/min

Télécopie : 33 (0)1 53 04 52 65

Réservé à l'INPI

1<sup>er</sup> dépôt

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354\*03

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

page 1/2



Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 0 W / 030103

<b>REMISE DES PIÈCES</b> DATE <b>8 OCT 2003</b> LIEU <b>75 INPI PARIS</b> N° D'ENREGISTREMENT <b>0311767</b> NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE <b>- 8 OCT. 2003</b> PAR L'INPI		<b>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE  CABINET LAVOIX 2, Place d'Estienne d'Orves 75441 PARIS CEDEX 09	
<b>Vos références pour ce dossier</b> (facultatif) <b>BFF 03P0152</b>			
<b>Confirmation d'un dépôt par télécopie</b>		<input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie	
<b>2 NATURE DE LA DEMANDE</b>		<b>Cochez l'une des 4 cases suivantes</b>	
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	
Demande de brevet initiale		N° _____ Date _____	
ou demande de certificat d'utilité initiale		N° _____ Date _____	
Transformation d'une demande de brevet européen		<input type="checkbox"/>	
Demande de brevet initiale		N° _____ Date _____	
<b>3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</b> Procédé d'élaboration d'un produit plat en alliage de zirconium, produit plat ainsi obtenu et grille de réacteur de centrale nucléaire réalisée à partir de ce produit plat.			
<b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ</b> <b>OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE</b> <b>LA DATE DE DÉPÔT D'UNE</b> <b>DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</b>		Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ Pays ou organisation _____ N° _____ <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
<b>5 DEMANDEUR (Cochez l'une des 2 cases)</b>		<input checked="" type="checkbox"/> <b>Personne morale</b> <input type="checkbox"/> <b>Personne physique</b>	
Nom _____ ou dénomination sociale _____ Prénoms _____ Forme juridique _____ N° SIREN _____ Code APE-NAF _____		COMPAGNIE EUROPEENNE DU ZIRCONIUM-CEZUS  Société Anonyme 071500763  Tour Areva, 1 Place de la Coupole	
Domicile _____ Rue _____ Code postal et ville _____ Pays _____		FRANCE Française	
Nationalité _____ N° de téléphone (facultatif) _____ Adresse électronique (facultatif) _____		N° de télécopie (facultatif) _____ <input type="checkbox"/> S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	

BREVET D'INVENTION  
CERTIFICAT D'UTILITÉREQUÊTE EN DÉLIVRANCE  
page 2/2

BR2



Réservé à l'INPI

REMISE DES PIÈCES

DATE

8 OCT 2003

LIEU

75 INPI PARIS

N° D'ENREGISTREMENT

0311767

NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI

DB 540 W / 030103

<b>6 MANDATAIRE (s'il y a lieu)</b> Nom _____ Prénom _____ Cabinet ou Société _____ N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel _____ Adresse Rue _____ Code postal et ville _____ Pays _____ N° de téléphone (facultatif) _____ N° de télécopie (facultatif) _____ Adresse électronique (facultatif) _____		CABINET LAVOIX  2 Place d'Estienne d'Orves 75441 PARIS CEDEX 09 FRANCE 01 53 20 14 20 01 48 74 54 56 brevets@cabinet-lavoix.com
<b>7 INVENTEUR (S)</b> Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes		Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques <input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)
<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b> Établissement immédiat ou établissement différé		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation) <input checked="" type="checkbox"/> Établissement immédiat <input type="checkbox"/> Établissement différé
Paiement échelonné de la redevance (en deux versements)		Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non
<b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>		Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Obtenue antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence) : AG [ ] [ ] [ ] [ ] [ ]
<b>10 SÉQUENCES DE NUCLEOTIDES ET/OU D'ACIDES AMINÉS</b>		<input type="checkbox"/> Cochez la case si la description contient une liste de séquences
Le support électronique de données est joint La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe		<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes		
<b>11 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> (Nom et qualité du signataire)		B. DOMENEGO n° 00-0500  VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI 

L'invention concerne le domaine des produits plats (tôles et feuillards) en alliage de zirconium utilisés, notamment, pour fabriquer des éléments d'un réacteur de centrale nucléaire à eau légère.

5 Dans les réacteurs nucléaires à eau légère, les grilles en alliage de zirconium qui maintiennent les crayons (les tubes renfermant le combustible) forment des cellules dans lesquelles les crayons sont insérés et maintenus par des ensembles de moyens rigides et de moyens élastiques.

10 Ces grilles sont soumises à des phénomènes de croissance sous irradiation, sous l'effet desquels les dimensions des cellules se modifient au fil de l'utilisation du réacteur. Cette modification rend le maintien des crayons de plus en plus lâche, et les grilles finissent par ne plus jouer leur rôle de façon satisfaisante.

15 Il a été proposé dans le document EP-A-0 220 060 de réaliser ces grilles à partir d'un produit plat en alliage de zirconium entièrement recristallisé possédant une texture particulière. Cette texture est telle que les facteurs de Kearns mesurés selon la direction transversale et la direction longitudinale de la cellule, lorsque la grille est en place, sont combinés pour que l'irradiation de la grille au cours du fonctionnement du réacteur provoque une contraction de la cellule et non une augmentation de sa section. Ainsi, le serrage exercé par la grille sur les crayons tend à augmenter au lieu de diminuer.

20 Il faut noter que le document EP-A-0 220 060 ne propose pas de procédé permettant d'obtenir effectivement la texture recherchée. On connaît des procédés permettant d'obtenir cette texture, mais ils ne peuvent être utilisés en raison de problèmes majeurs de tenue à la corrosion du réacteur.

25 Le but de l'invention est de proposer un procédé d'élaboration d'un produit plat, tôle ou feuillard, d'alliage de zirconium comportant notamment ~~comme~~ élément d'addition du niobium et non recristallisée à 100%, destinée notamment à la fabrication de grilles de réacteurs de centrales nucléaires à eau légère, ~~résolvant les problèmes liés à la croissance sous irradiation du métal, tout~~  
30 en conservant des propriétés de tenue à la corrosion suffisantes.

A cet effet, l'invention a pour objet un procédé d'élaboration d'un produit plat en alliage de zirconium présentant un facteur de Kearns FT compris entre 0,30 et 0,70, caractérisé en ce que :

5      - on élabore un lingot d'alliage de zirconium de composition, en pourcentages pondéraux ;

- Nb = 0,5 à 3,5%
- Sn = 0 à 1,5%
- Fe = 0 à 0,5%
- Cr + V = 0 à 0,3%
- 10      - S = 0 à 100ppm
- O = 0 à 2000ppm
- Si = 0 à 150ppm

le reste étant du zirconium et des impuretés résultant de l'élaboration

15      - on met en forme ledit lingot

15      - on exécute un ou plusieurs laminages à chaud dudit lingot mis en forme, pour obtenir un produit plat, le dernier desdits laminages à chaud étant exécuté entre  $(810-20 \times \text{Nb}\%)^{\circ}\text{C}$  et  $1100^{\circ}\text{C}$  et n'étant suivi d'aucune opération de trempe depuis la phase  $\alpha + \beta$  ou  $\beta$

20      - on exécute éventuellement un recuit du produit plat à une température n'excédant pas  $800^{\circ}\text{C}$  ;

- on exécute un ou plusieurs cycles de laminage à froid et recuit du produit plat, lesdits recuits n'ayant pas lieu à plus de  $800^{\circ}\text{C}$ .

Dans un exemple de mise en œuvre, la teneur en Nb de l'alliage est de 0,5 à 1,5%.

25      Ledit dernier laminage à chaud est exécuté de préférence à une température de  $\pm 130^{\circ}\text{C}$  autour de la température du transus  $\alpha + \beta \rightarrow \beta$  de l'alliage.

Ledit dernier laminage à chaud est exécuté de préférence entre  $900$  et  $1030^{\circ}\text{C}$ .

30      L'invention concerne également un produit plat d'alliage de zirconium présentant un facteur de Kearns FT compris entre 0,30 et 0,70, caractérisé en ce qu'il est obtenu par le procédé précédent.

L'invention concerne enfin une grille de maintien des crayons de combustible dans un réacteur de centrale nucléaire à eau légère, caractérisée en ce qu'elle est obtenue par mise en forme d'un produit plat du type précédent.

Comme on l'aura compris, l'invention consiste à élaborer un produit plat, qu'on peut qualifier de tôle ou de feuillard selon son épaisseur finale, présentant une excellente stabilité dimensionnelle sous irradiation dans le sens travers (par rapport à la direction de laminage). Cette stabilité dimensionnelle résulte de l'obtention, après l'élaboration du produit plat, d'une texture telle que le facteur de Kearns dans le sens travers FT soit supérieur ou égal à 0,30, dans la pratique compris entre 0,30 et 0,70, contre moins de 0,25 dans les procédés standard actuels et 0,4 à 0,5 dans le procédé de EP-A-0 220 060 qui, par ailleurs, exige un état entièrement recristallisé du produit plat, non nécessaire dans le cas de l'invention. De cette façon, si on découpe la tôle selon une direction judicieusement choisie pour constituer, après formage, la grille de réacteur selon l'invention, on obtient une grille présentant une excellente stabilité dimensionnelle sous irradiation dans la section des cellules de maintien des crayons. On évite, ainsi à la fois des problèmes liés à un relâchement excessif du maintien des crayons ou, au contraire, à un serrage, à terme excessif, des crayons dans les cellules.

Ce résultat est obtenu par l'application à un alliage Zr-Nb (pouvant aussi contenir un ou plusieurs des éléments Sn, Fe, Cr, V, S, O et Si à des teneurs significatives) de traitements thermiques et thermomécaniques qui seront décrits plus loin.

On rappelle que le grandissement des grilles sous irradiation est lié à trois paramètres :

- la texture de la tôle ou du feuillard, sur laquelle on peut jouer pour obtenir un facteur de Kearns allant dans le sens d'un grandissement ou d'un rétrécissement suivant un axe privilégié (croissance libre) ; un facteur de Kearns inférieur à 0,33 dans une direction donnée correspond à une croissance libre donnant lieu à un grandissement dans cette même direction, et un facteur de Kearns supérieur à 0,33 correspond à une croissance libre donnant lieu à un rétrécissement ;

- la corrosion/oxydation qui va toujours dans le sens du grandissement ;

- l'hydruration qui va également dans le sens du grandissement.

5 Les traitements thermiques et thermomécaniques selon l'invention, en combinaison avec la composition de l'alliage auquel il sont appliqués, permettent de moduler le facteur de Kearns dans le sens travers FT de façon à ce que, compte tenu de la morphologie et des conditions d'utilisation futures de la grille (par exemple la température et la puissance linéique du réacteur dont elle fait partie), on n'observe qu'une croissance sous irradiation faible ou nulle.

10 Dans les cas où la corrosion/oxydation et/ou l'hydruration seront faibles, on aura intérêt à obtenir un FT proche de 0,33.

Dans les cas où la corrosion/oxydation et l'hydruration seront plus importantes, on aura intérêt à obtenir un FT plus élevé (jusqu'à 0,70) pour que la croissance sous irradiation résultant de ces phénomènes soit compensée par un rétrécissement par croissance libre résultant de la texture obtenue.

15 L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui suit, donnée en référence aux figures annexées suivantes :

- la figure 1 qui montre à titre de référence des figures de pôles d'un échantillon de produit plat en alliage Zr-Nb à environ 1% de Nb ayant subi un dernier laminage à chaud à 780°C ;

20 - la figure 2 qui montre des figures de pôles d'un échantillon de produit plat en alliage Zr-Nb à environ 1% de Nb ayant subi un dernier laminage à chaud à 900°C selon l'invention.

25 Les alliages de zirconium auxquels l'invention s'applique contiennent (les pourcentages sont pondéraux) :

- de 0,5 à 3,5% de Nb, en particulier 0,5 à 1,5% ;
- de préférence jusqu'à 1,5% de Sn ;
- de préférence jusqu'à 0,5% de Fe ;
- de préférence du Cr et/ou du V, avec  $Cr + V \leq 0,3\%$  ;
- 30 - éventuellement du soufre, jusqu'à 100ppm ;
- éventuellement de l'oxygène, jusqu'à 2000ppm ;
- éventuellement du silicium, jusqu'à 150ppm ;



- et les impuretés inévitables résultant de l'élaboration.

Selon l'invention, après élaboration et mise en forme d'un lingot présentant la composition précitée, on exécute un ou plusieurs laminages à chaud. Ce laminage à chaud (le dernier d'entre eux s'il y en a plusieurs) doit avoir lieu alors que l'alliage de zirconium est dans l'un des domaines  $\alpha + \beta$  ou  $\beta$ , et plus précisément selon l'invention, entre une température minimale qui est fonction de la teneur en Nb de l'alliage et  $1100^{\circ}\text{C}$ . La température minimale pour ce dernier laminage à chaud est égale (en  $^{\circ}\text{C}$ ) à  $810 - 20 \times \text{Nb}\%$ . Pour un alliage à 0,95% de Nb, elle est donc de  $791^{\circ}\text{C}$ . Pour un alliage à 2,5% de Nb, elle est donc de  $760^{\circ}\text{C}$ . Dans la pratique, il est préférable de chercher à travailler à environ  $10^{\circ}\text{C}$  au dessus de cette limite pour s'assurer une marge de manœuvre convenable. De préférence cette température du dernier laminage à chaud est située à  $\pm 130^{\circ}\text{C}$  autour du transus  $\alpha + \beta \rightarrow \beta$ ; la plage de températures optimale est le plus souvent de  $900$  à  $1030^{\circ}\text{C}$ . Le taux de réduction de ce dernier laminage à chaud est typiquement compris entre 50 et 95%.

Il est impératif que ce dernier laminage à chaud dans le domaine  $\alpha + \beta$  ou  $\beta$  ne soit suivi d'aucune opération de trempe à partir de ce même domaine. En effet, il y aurait alors formation de  $\beta\text{Zr}$  à chaud qui ferait perdre la texture lors de la trempe. On retomberait alors sur des produits présentant des caractéristiques non conformes à l'invention.

Après ce laminage à chaud et un recuit éventuel, le produit plat obtenu subit les recuits et laminages à froid habituels, les recuits n'ayant pas lieu à plus de  $800^{\circ}\text{C}$ .

Il n'est pas indispensable que le produit plat obtenu à la fin du traitement soit dans l'état entièrement recristallisé. La condition  $\text{FT} = 0,30$  à  $0,70$ , qui garantit une faible croissance sous irradiation dans la direction travers, peut être satisfaite même avec un produit plat à l'état détendu ou partiellement recristallisé si les conditions de l'invention sont respectées.

A titre d'exemple, une série d'essais a été réalisée sur un lingot d'alliage de zirconium ayant la composition (en pourcentages pondéraux) :

Nb = 0,95%	O = 1350ppm	Fe = 0,037%
Cr = 40ppm	S = 11-21ppm	C = 22ppm

N = 22ppm      Al = 12ppm

Sur ce lingot de diamètre 660mm ont été réalisés sept types de traitements thermomécaniques : quatre essais de référence (E1 et E4) et trois essais conformes à l'invention (E5 à E7), selon les indications du tableau 1.

5      Deux autres essais selon l'invention (E8 et E9) ont été réalisés sur un lingot de diamètre 660mm et de composition :

Nb = 2,50%

Fe = 0,05%

O = 1300ppm

10      Si = 50ppm.

Le tableau 1 décrit ces divers traitements.

	E1	E2	E3	E4	E5	E6	E7	E8	E9
	référence	référence	référence	référence	invention	invention	invention	invention	invention
Forgeage du lingot			900°C ( $\alpha + \beta$ )	épaisseur 200mm				900°C ( $\beta$ ) épaisseur 200mm	1050°C ( $\beta$ ) épaisseur 200mm
Forgeage de la brame			900°C ( $\alpha + \beta$ )	épaisseur 100mm				900°C ( $\beta$ ) épaisseur 100mm	780°C ( $\alpha + \beta$ ) épaisseur 100mm
Laminage à chaud			945°C ( $\alpha + \beta$ )	épaisseur 30mm				945°C ( $\beta$ ) épaisseur 30mm	945°C ( $\beta$ ) épaisseur 20mm
Trempe $\beta$ intermédiaire	Oui					non			oui
Laminage à chaud	780°C, épaisseur 4,7mm		780°C épaisseur 4,7mm	700°C épaisseur 4,7mm	900°C épaisseur 4,7mm	900°C épaisseur 4,7mm	960°C épaisseur 4,7mm	945°C épaisseur 4,7mm	780°C épaisseur 6mm
Recuit continu									
N cycles de laminage à froid et recuit	Epaisseur 0,425mm			Epaisseur 0,6mm			Epaisseur 0,425mm	Epaisseur 2,0mm	Epaisseur 0,5mm

Tableau 1

Les textures des produits plats obtenus à la suite de ces essais ont été déterminées. On a obtenu les facteurs de Kearns FN, FT et FL figurant dans le tableau 2.

	Epaisseur (mm)	FN	FT	FL
Essai 1 (référence)	0,425	0,687	0,230	0,082
Essai 2 (référence)	0,6	0,709	0,208	0,083
Essai 3 (référence)	0,6	0,649	0,270	0,082
Essai 4 (référence)	0,6	0,649	0,269	0,084
Essai 5 (invention)	0,6	0,627	0,300	0,073
Essai 6 (invention)	0,425	0,622	0,306	0,072
Essai 7 (invention)	0,425	0,594	0,339	0,068
Essai 8 (invention)	2,0	0,308	0,645	0,047
Essai 9 (invention)	0,5	0,576	0,375	0,050

5

Tableau 2

Dans les essais de référence, on obtient comme d'habitude un accroissement de FN et une décroissance de FT lorsque l'épaisseur du produit plat décroît.

10

Les échantillons obtenus par le procédé selon l'invention présentent un facteur de Kearns FT significativement plus élevé que les échantillons de

référence. Si FT se situe autour de la valeur 0,33 (d'où la limite inférieure de 0,30 pour le FT des tôles selon l'invention) et si une grille est fabriquée à partir d'une portion du produit plat qui a été découpée selon une orientation adéquate, il est possible d'assurer qu'au cours de son utilisation, cette grille ne présentera que de faibles variations de la section de ses cellules en l'absence de corrosion/oxydation et d'hydruration significatives. Si FT est plus franchement supérieur à 0,33, la tendance au rétrécissement sous irradiation qui en résulte permet de compenser la croissance sous irradiation résultant de la corrosion/oxydation et de l'hydruration de la grille lors de son utilisation dans des conditions prévues. On évitera ainsi à la fois les problèmes qui seraient liés à une croissance excessive de cette section sous irradiation (relâchement du serrage des crayons détériorant leur maintien) et les problèmes qui seraient liés à une réduction excessive de cette section sous irradiation (serrage trop important des crayons empêchant leur insertion et leur extraction).

Un examen des figures de pôles d'un exemple d'échantillon obtenu par le procédé selon l'invention correspondant à l'essai E5 (figure 2), pour lequel la teneur en Nb est de l'ordre de 1% et le dernier laminage à chaud a eu lieu à 900°C, montre que les textures sont nettement plus transverses (FT élevé et FN bas) que celles d'un échantillon de référence de mêmes composition et épaisseur finale correspondant à l'essai E2 (figure 1) pour lequel le dernier laminage à chaud a été effectué à seulement 780°C.

On constate également que le caractère transverse de la texture croît avec la température du laminage à chaud, qui est donc l'un des paramètres, avec la composition de l'alliage, sur lesquels on peut jouer pour obtenir un FT de la valeur désirée.

Pour une température de laminage à chaud donnée (par exemple 960°C), ce caractère transverse de la texture est encore accentué lorsque la température du transus  $\alpha + \beta \rightarrow \beta$  est abaissée, par exemple pour les teneurs en Nb plus élevées, ce qui peut avoir pour effet que le dernier laminage à chaud a lieu dans le domaine  $\beta$  pur. C'est le cas pour l'essai 8 précédemment décrit, et dans une moindre mesure pour l'essai 9 pour lequel le dernier laminage à chaud

a été effectué dans des conditions de réduction moins sévères et à une température de 780°C, donc dans le domaine  $\alpha+\beta$  de l'alliage.

5 Du point de vue de la structure des échantillons, on ne constate pas de différence claire entre les produits de référence et les produits issus de l'invention après le laminage à chaud, à compositions et épaisseurs finales comparables.

Du point de vue des compositions des phases  $\beta\text{Zr}$  et  $\beta\text{Nb}$  et des précipités  $\text{Zr}(\text{Nb}, \text{Fe})_2$ , on ne note pas non plus de différence sensible entre les essais de référence et les essais selon l'invention à composition de l'alliage comparable.

10 La résistance à la corrosion n'est pas, non plus, significativement affectée par l'utilisation du procédé selon l'invention.

A partir des produits plats selon l'invention, des grilles de maintien des crayons de réacteurs de centrales nucléaires sont fabriquées par les procédés habituels de mise en forme.

## REVENDEICATIONS

1. Procédé d'élaboration d'un produit plat en alliage de zirconium  
présentant un facteur de Kearns FT compris entre 0,30 et 0,70, caractérisé en ce  
5 que :

- on élabore un lingot d'alliage de zirconium de composition, en  
pourcentages pondéraux ;

- Nb = 0,5 à 3,5%
- Sn = 0 à 1,5%
- 10 - Fe = 0 à 0,5%
- Cr + V = 0 à 0,3%
- S = 0 à 100ppm
- O = 0 à 2000ppm
- Si = 0 à 150ppm

15 le reste étant du zirconium et des impuretés résultant de l'élaboration

- on met en forme ledit lingot
- on exécute un ou plusieurs laminages à chaud dudit lingot mis en  
forme, pour obtenir un produit plat, le dernier desdits laminages à chaud étant  
exécuté entre  $810 - (20 \times \text{Nb}\%)$  et  $1100^\circ\text{C}$  et n'étant suivi d'aucune opération de  
20 trempe

- on exécute éventuellement un recuit du produit plat à une  
température n'excédant pas  $800^\circ\text{C}$  ;

- on exécute un ou plusieurs cycles de laminage à froid et recuit du  
produit plat, lesdits recuits n'ayant pas lieu à plus de  $800^\circ\text{C}$ .

25 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la teneur en  
Nb de l'alliage est de 0,5 à 1,5%.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que ledit  
dernier laminage à chaud est exécuté à une température de  $\pm 130^\circ\text{C}$  autour de la  
température du transus  $\alpha + \beta \rightarrow \beta$  de l'alliage.

30 4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que ledit dernier  
laminage à chaud est exécuté entre  $900$  et  $1030^\circ\text{C}$ .

5. Produit plat d'alliage de zirconium présentant un facteur de Kearns FT compris entre 0,30 et 0,70, caractérisé en ce qu'il est obtenu par le procédé selon l'une des revendications 1 à 4.

5 6. Grille de maintien des crayons de combustible dans un réacteur de centrale nucléaire à eau légère, caractérisée en ce qu'elle est obtenue par mise en forme d'un produit plat selon la revendication 5.



1/1

Figure de pôle calculée  
002

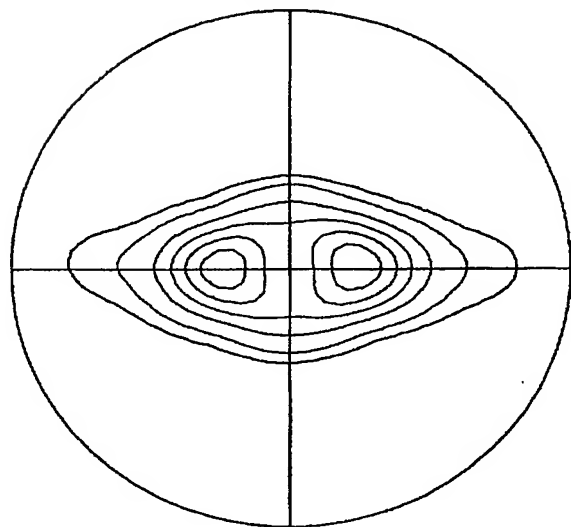


Figure de pôle calculée  
100

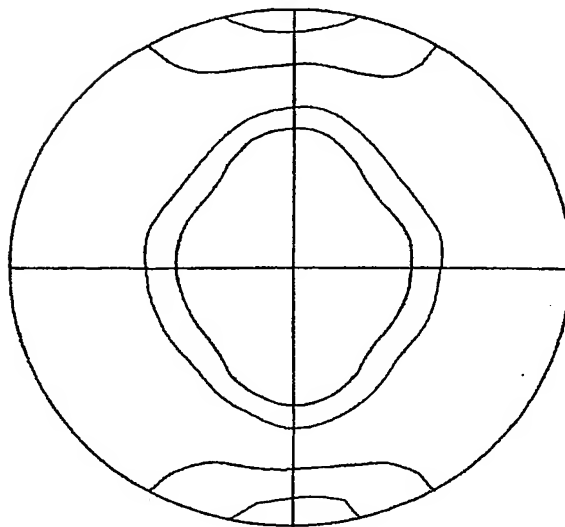


FIG.1

Figure de pôle calculée  
002

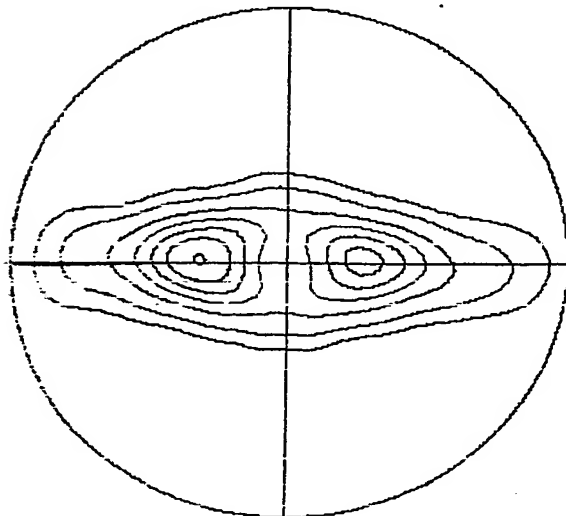


Figure de pôle calculée  
100

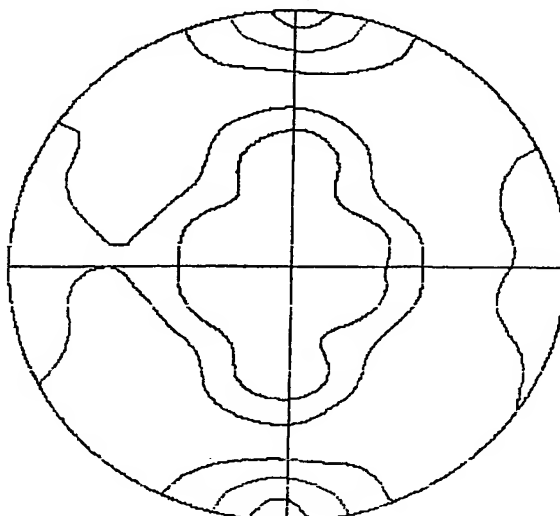


FIG.2

reçue le 28/01/04



26 bis, rue de Saint Pétersbourg - 75800 Paris Cedex 08

Pour vous informer : INPI DIRECT

**0 825 83 85 87**  
0,15 € TTC/mn

Télécopie : 33 (0)1 53 04 52 65

# BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

N° 11235

**DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S)** Page N° **1/1**

(À fournir dans le cas où les demandeurs et les inventeurs ne sont pas les mêmes personnes)



Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 @ W / 210103

<b>Vos références pour ce dossier (facultatif)</b>		BFF 03P0152	
<b>N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL</b>		0311467	
<b>TITRE DE L'INVENTION</b> (200 caractères ou espaces maximum)			
Procédé d'élaboration d'un produit plat en alliage de zirconium, produit plat ainsi obtenu et grille de réacteur de centrale nucléaire réalisée à partir de ce produit plat.			
<b>LE(S) DEMANDEUR(S) :</b>			
COMPAGNIE EUROPEENNE DU ZIRCONIUM-CEZUS			
<b>DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :</b>			
<b>1</b> Nom		BARBERIS	
Prénoms		Pierre	
Adresse	Rue	309 Chemin des Cèdres	
	Code postal et ville	73400 UGINE FRANCE	
Société d'appartenance (facultatif)			
<b>2</b> Nom		SIMONOT	
Prénoms		Claude	
Adresse	Rue	41 rue St Barthelemy	
	Code postal et ville	61300 L'AIGLE FRANCE	
Société d'appartenance (facultatif)			
<b>3</b> Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez plusieurs formulaires. Indiquez en haut à droite le N° de la page suivi du nombre de pages.			
<b>DATE ET SIGNATURE(S)</b> <b>DU (DES) DEMANDEUR(S)</b> <b>OU DU MANDATAIRE</b> (Nom et qualité du signataire)		Paris, le 8 octobre 2003  B. DOMENEGO n° 00-0500	